

粉末X線回折法 基礎講座

第2回 質の高いデータを取得するための装置構成の選択

大森 雅志*

1. はじめに

精度の高い解析をするためには、質の高いデータを得る必要がある。質の高いデータに要求される特徴として、「高強度」「高分解能」「高いP/B (Peak/Background) 比」「高いS/N (Signal/Noise) 比」がある。これらの要求される特徴のうち何を重視するのかは解析の目的により異なる。そのため、解析の目的を明確にしてから測定条件を考える必要がある。また、被検試料と選択する光学系の種類の組み合わせによっては、前述の要求される特徴を満たさない結果が得られる場合がある。そのため、被検試料の種類に応じた光学系を選択する必要がある。

粉末X線回折法基礎講座の第2回および第3回の2回にわたり質の高いデータを得るための測定条件に関して述べる。測定条件として「装置構成の選択」、「試料調製」、「スキャン条件」が挙げられる。第2回では「装置構成の選択」に着目し、第3回では「試料調製」および「スキャン条件」に着目する。

質の高いデータを得るための装置構成の選択として「2. X線発生源の選択」、「3. 光学系の選択」、「4, 5. 入射および受光光学系の条件設定」、「6. 検出器条件の設定」のそれぞれの項目に関して、以下に詳細に説明する。

2. X線発生源の選択

X線発生源は (a) 構造の違い、(b) ターゲット金属の種類、(c) 焦点の種類で分類することができる。以下ではそれぞれの特徴に関して述べる。

(a) 構造の違い

X線源の種類として封入式管球と回転対陰極X線管の2種類がある。Cu管球の場合、封入式管球の出力は2 kW程度であるのに対し、回転対陰極X線管の出力は9 kW (リガクのX線回折装置SmartLab システムの場合) となっている。図1に封入式管球と回転対陰極

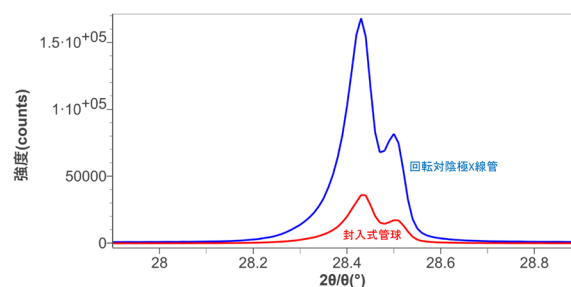


図1. 封入式管球と回転対陰極X線管で測定した回折プロファイル (ターゲット金属: Cu, 試料: Si粉末)。

X線管で測定したSi粉末の回折プロファイルを示す。ただし、封入式管球の出力は40 kV-50 mAとした。回転対陰極X線管で測定した場合、封入式管球の約4.6倍の強度が得られており、測定時間の短縮が可能であることが分かる。

(b) ターゲット金属の種類

X線発生源のターゲットとして用いられる金属 (以下、「ターゲット金属」)、元素種の違いにより異なる波長の特性X線が発生する。X線回折法で使用される主なターゲット金属の種類としてCr, Fe, Co, Cu, Mo, Agが挙げられる。表1に示すように金属元素の原子番号が大きくなるにつれ、特性X線の波長 ($K\alpha$ 線) が短くなる。

表1. ターゲット金属の種類と特性X線 ($K\alpha$ 線) の波長。

元素種	Cr	Fe	Co	Cu	Mo	Ag
原子番号	24	26	27	29	42	47
波長 (Å)	2.29	1.94	1.79	1.54	0.71	0.56

Cuの $K\alpha$ 線の波長は1.54 Åであり、一般的な物質の結晶格子面間隔である1~10 Åを測定するのに適した波長であることから最もよく用いられる。しかし、測定する試料の組成や測定する目的によっては異なる種類のターゲット金属を用いたほうが良い場合がある。評価項目および被検試料の組成とターゲット金属

*株式会社リガク 応用技術センター

表2. ターゲット金属の元素種の選択.

評価項目	ターゲット金属	測定試料の組成	特記事項
定性分析 定量分析 構造解析	Cu	一般	—
		Fe系	蛍光X線低減モード モノクロメーター法
		Ni系	入射側にK β フィルター 発散ミラーを用いた光学系 (CBO- α)
	Co	Fe系	入射側にK β フィルター CBO- α
残留応力	Cr	Fe	疑似平行法, Parallel Beam (PB) 法
	Co	Fe	—
	Cu	Cu, Ni, セラミック	PB法
PDF解析	Mo	一般	Agの方がMoより高波 数まで測定可能
	Ag	—	—

の元素種の間係を表2にまとめた。

目的とする特性X線 (K α 線) を得るのに適した励起電圧はターゲット金属の種類によりほぼ一律で決定される。そのため、最大管電流はX線管球や装置との最大容量で決定される。ちなみに、封入式管球の場合、最大容量の9割程度の出力で使用するにより、管球の寿命を長くすることができる。

(c) X線の焦点の種類

特性X線は、フィラメントから発生した熱電子をターゲット金属に衝突させて、特性X線を発生させる。特性X線が発生するターゲット金属上の領域のサイズを実焦点サイズという。

封入式管球の実焦点サイズの種類としてはノーマルフォーカス (実焦点サイズ: 1×10 mm)、ファインフォーカス (0.4×8 mm)、ロングファインフォーカス (0.4×12 mm) の3種類がある。ノーマルフォーカスとファインフォーカスの比較を図2に示す。実焦点サイズが小さいファインフォーカスはノーマルフォーカスと比較して角度分解能が良いことがわかる。ロングファインフォーカスは長手方向の焦点サイズが大きい。そのため、ロングファインフォーカスを使用する場合は長手方向の入射X線を遮らないように、長手制限スリットとして15 mmを用いることが好ましい。一方、回転対陰極X線管の焦点サイズはファインフォーカスと等しく0.4×8 mmである。

3. 光学系の選択

X線源、試料、検出器の位置関係は反射法と透過法で異なる。反射法と透過法の模式図を図3に示す。反

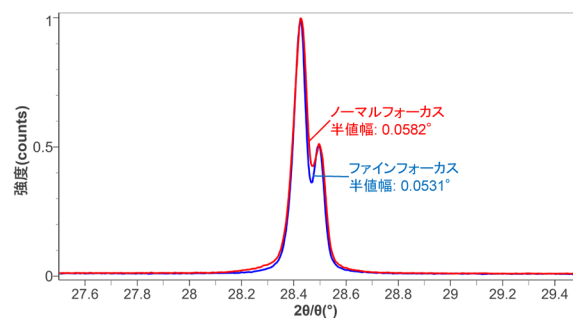


図2. ノーマルフォーカスとファインフォーカスのプロファイル比較 (ターゲット金属: Cu, 試料: Si粉末).

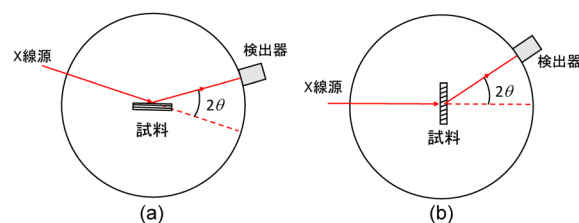


図3. 反射法 (a) および透過法 (b) の模式図.

射法は試料板に充填した粉末試料や、バルク試料を測定する際に用いられる。透過法は配向しやすい粉末試料、フィルム状試料を測定する際に用いられる。

反射法の場合、光学系として集中法または平行ビーム法 (PB法) が用いられる。透過法の場合、光学系としてPB法または検出器で入射X線が集光するビームを用いる方法 (集光ビーム法) が用いられる。集光ビーム法では楕円面多層膜ミラー (CBO-E) が用いられる。以下にそれぞれの光学系のメリットや注意点をまとめた。

集中法

- ・高い強度と分解能が容易に得られる^{(1),(2)}
- ・スキャン軸は2 θ / θ のみ使用可能
- ・平坦な試料表面が必要

平行ビーム法

- ・強度と分解能はスリット幅に依存
- ・様々なスキャン軸が使用可能
- ・PSA (パラレルスリットアナライザー) を使用すると凹凸のある試料も測定可能
- ・0次元測定で測定すると集中法よりも低強度

集光ビーム法

- ・透過法のみで使用可能
- ・PB法と比較して高い強度と分解能が得られる

入射光学系の多層膜ミラーの切り替えにより異なった光学系が選択できる。次章以降ではそれぞれの光学

系における入射および受光光学系の条件設定について述べる。

4. 集中法光学系

4.1. 単色化

集中法の場合、入射X線に含まれる不要な $K\beta$ 線を受光光学系または入射光学系で低減させる必要がある。受光光学系で $K\beta$ 線を低減させる方法として、(a) $K\beta$ フィルター法、(b) モノクロメーター法がある。入射光学系で $K\beta$ 線を低減する方法として (c) 発散ミラー (CBO- α) を用いる方法がある。

(a) $K\beta$ フィルター法

金属フィルターにより $K\beta$ 線を低減する方法であり、集中法測定で一般的に用いられる手法である。結晶やミラーを用いないため、安価な実装が可能である。また、モノクロメーター法と比較して強度の高いデータを得ることが可能である。低減する波長に制限があるため、測定試料の組成によっては、試料由来の蛍光X線によりバックグラウンドが上昇する。検出器の蛍光X線低減モード（後述）を用いた測定により、試料由来の蛍光X線を低減できる場合がある。よりバックグラウンドを低減する必要がある場合は、後述のモノクロメーター法、発散ミラーを用いる方法を検討する必要がある。

(b) モノクロメーター法

グラファイト結晶による分光を利用し、 $K\alpha$ 線のみを取り出す方法である。 $K\beta$ フィルター法より波長分解能が高いため、試料由来の蛍光X線を低減できる場合がある。特に、Cu管球を用いてFe系試料を測定する場合に有効である。また、連続X線も低減されるため、P/B比の大きい良質なデータが得られる。ただし、ターゲット金属と同じ元素を含む試料を測定する場合には効果が少ない。また、 $K\beta$ フィルター法と比較して回折線の強度が小さくなるため、長時間の測定が必要となる。

モノクロメーターの種類として1次元測定用 (1D用) と0次元測定用 (0D用) がある。1D用を用いた場合の強度は0D用の場合と比較して約40倍強度が高いが、エネルギー分解能は0D用モノクロメーターに劣り、 $K\alpha$ 線に対して $K\beta$ 線が0.2%程度検出される。

(c) 発散ミラーを用いる方法⁽³⁾

多層膜からなる平面ミラー (CBO- α) を用いることにより、単色化したX線 (発散ビーム) を試料に入射することが可能である。そのため、ターゲットの $K\alpha$ 線以外で蛍光を発生する試料を測定する際に有効である。Cu管球を用いた場合のNi, Cu試料やCo管球を用いた場合のFe系試料の場合がそれに該当する⁽⁴⁾。また、 $K\beta$ フィルターを使用しないため、フィルター材料の吸収端による影響を受けない。さらに、単色化さ

れたX線が試料に照射されるため、試料由来の蛍光X線を低減することができ、 $K\beta$ フィルター法と比較してバックグラウンドの低いデータが得られる。また、CBO- α を用いた場合、 $K\alpha$ 線と $K\beta$ 線の強度比は500:1となる。 $K\beta$ フィルター法とCBO- α を併用することにより、 $K\beta$ 線の強度をさらに減少させることができる。微小ピークの検出の際に良く用いられる。

なお、発散ミラーの最大の発散角は、封入管を用いた場合 $1/2^\circ$ 、回転対陰極X線管を用いた場合 $1/3^\circ$ であるため、後述の入射スリットはそれ以下に設定する必要がある。

4.2. 入射および受光光学系の条件選択

集中法光学系では試料位置を中心とする円上に管球の焦点と検出器の検出面が配置されている。その円を集中円と呼び、円の半径をゴニオメーター半径と呼ぶ。ゴニオメーター半径が大きければ、角度分解能が上がるが、回折強度が下がる。ゴニオメーター半径が小さい場合は、その逆である。一般的に、卓上機ではゴニオメーター半径は150 mm程度であるのに対し、大型機では300 mm程度である。ゴニオメーター半径は装置により決まっており変更できないが、入射および受光光学系は測定する試料に合わせて変更する必要がある。

図4に集中法光学系の一例の概略図を示す。X線源から発生したX線は (a) 入射ソーラースリット、(b) 入射スリット (IS: Incident Slit)、(c) 長手制限スリットを通過して試料に照射される。試料により回折されたX線は (e) 受光スリット1、(f) $K\beta$ フィルター、(g) 受光ソーラースリット、(h) 受光スリット2、(i) アッテネーターを通り検出器に照射される。散乱線による高バックグラウンドを防ぐために試料位置において (d) 散乱プロテクターやナイフエッジが使用される。以下では各光学素子の条件を決定する方法を述べる。

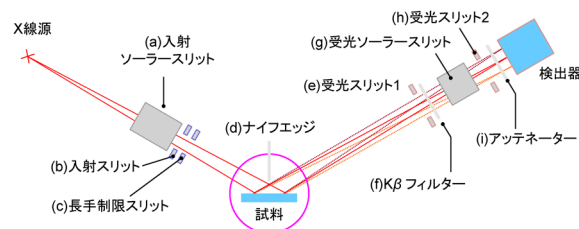


図4. 集中法光学系の概略図。

(a) 入射ソーラースリット

図4の紙面に垂直な方向 (以下、「長手方向」) のビームの発散を抑制するスリットである。後述の長手制限スリットと合わせて、長手方向のX線の照射幅が決定される。入射ソーラースリットを狭めると、照射幅の広がりを抑えられるが、得られる回折強度も減少するため、長時間の測定が必要となる。また、後述の受光

ソーラースリットと同様に、入射ソーラースリットを狭めると、低角領域におけるピークの低角度側のテリングを改善することができる。

(b) 入射スリット

試料に照射される X 線の発散角を決定するスリットであり、これにより照射幅が変化する。入射スリットと照射幅の関係を図 5 に示す。

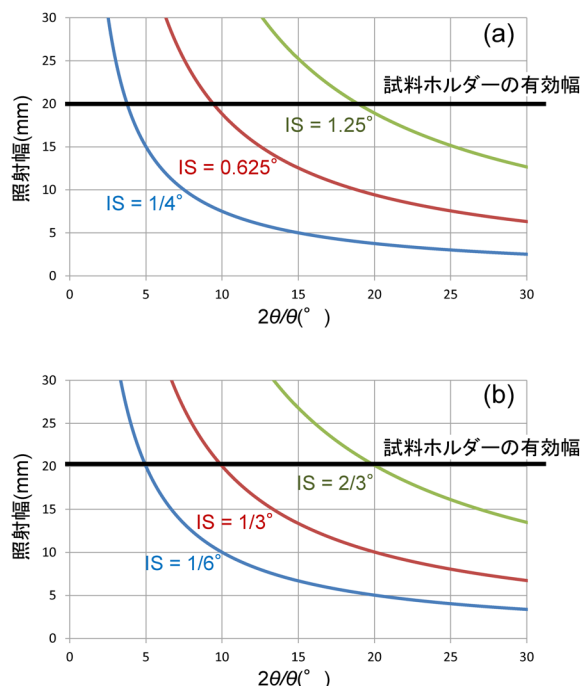


図 5. 入射スリットと照射幅の関係。
ゴニオメーター半径 (a) 150 mm, (b) 300 mm

入射角が小さいほど照射幅が大きくなる。照射幅が試料幅よりも大きい場合、低角度側と高角度側で正しい強度比のパターンが得られない、試料板由来の回折線が発生する、などの問題が発生する。また、回折強度は入射スリットの大きさに比例する。そのため、高強度で正しい強度比のパターンを得るためには試料から X 線がはみ出さない程度の大きさの入射スリットを選択することが必要である。

(c) 長手制限スリット

長手方向のビームの大きさを制限するスリットであり、長手方向の照射幅（長手照射幅）を決定する。大型機 SmartLab の場合における、入射ソーラースリットおよび長手制限スリットと長手照射幅の関係を表 3 に示す。

ビームが試料からはみ出した場合、試料板由来のバックグラウンドの増加の原因となる。そのため、試料からはみ出さない大きさの長手制限スリットを選択する必要がある。

(d) 散乱プロテクター、ナイフエッジ

バックグラウンドを増加させる原因として、空気散

表 3. 入射ソーラースリットおよび長手制限スリットと長手照射幅の関係（SmartLab の場合）。

入射ソーラー スリット	長手制限 スリット	長手照射幅 (実測値)
5.0°	10 mm	19 mm
	5 mm	13 mm
	2 mm	10 mm
2.5°	10 mm	14 mm
	5 mm	9 mm
	2 mm	6 mm

乱やスリット由来の散乱が挙げられる。1次元検出器を用いた場合、受光スリットを開いた状態で測定するため、0次元測定と比較して散乱線の強度が高くなる。

散乱 X 線が検出器に入射されるのを防ぐ方法として、散乱プロテクターやナイフエッジの設置が挙げられる⁽⁵⁾。装置によっては散乱プロテクターの代わりに散乱防止筒が用いられる。図 6 に散乱プロテクターとナイフエッジの有無によるプロファイルの違いを示す。

散乱線対策をしなかった場合、 $2\theta=40^\circ$ 以下の領域において低角度側における散乱線の強度の増加がみられた。一方、散乱プロテクターおよびナイフエッジを用いた場合は散乱線の強度が減少した。ただし、ナイフエッジに遮られることにより、高角度側において被検試料である Si 由来の回折強度が減少した。したがっ

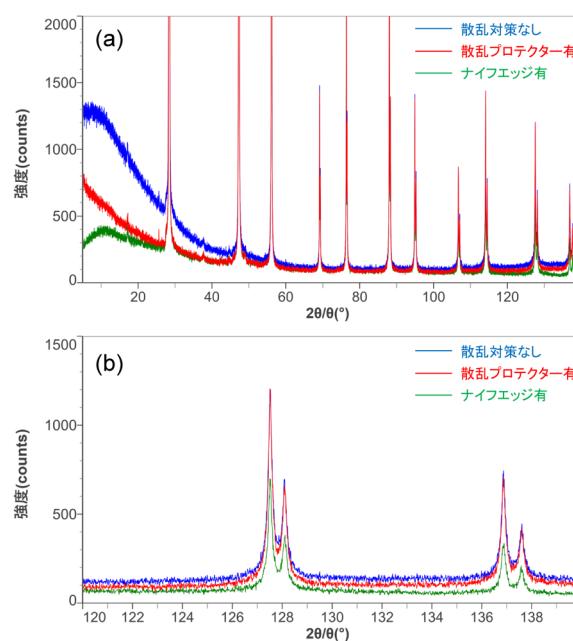


図 6. 散乱プロテクターおよびナイフエッジを用いた場合のプロファイル比較。
(a) $2\theta=5\sim 140^\circ$, (b) $2\theta=120\sim 140^\circ$
(ターゲット金属: Cu, 試料: Si 粉末)

て、 $2\theta=70^\circ$ 以下までの測定の場合、ナイフエッジが有効であり、高角側まで測定したい場合は散乱プロテクターが有効である。

一般的にナイフエッジの高さは試料面から2 mmの位置に固定する。ただし、遮られる 2θ の範囲は入射スリットの幅に依存する。そのため、正しい強度比で測定するためには、あらかじめ回折線を遮っていないことを確認する必要がある。

(e) 受光スリット1

受光スリット1 (RS1) とは試料由来の回折X線以外の散乱線を除去するスリットであり、散乱スリットとも呼ばれる。0次元測定の場合、入射スリットと同じ発散角の値を用いるのが一般的である。1次元測定の場合、検出器全面を利用するため、回折X線を遮らない幅に設定する必要がある。

(f) $K\beta$ フィルター

$K\beta$ フィルター法による測定の場合、回折X線の単色化のため一般的には受光光学系に金属箔を挿入する。Cu管球を用いた場合、厚さ15 μm 又は23 μm のNi箔がフィルターとして用いられる。厚さ15 μm のNi箔を使用した場合、 $K\alpha$ 線と $K\beta$ 線による回折線の強度比は100:1となり、厚さ23 μm のNi箔を使用した場合、500:1となる。厚いフィルターを使用した場合、 $K\alpha$ 線に対する $K\beta$ 線の相対強度が小さくなるが、 $K\alpha$ 線の絶対強度も低くなる。

結晶性の高い試料を測定する場合、高強度の回折ピークが検出される。そのため、 $K\beta$ 線由来の回折ピークを検出しないように、厚いフィルターを使用するのが好ましい。一方、回折強度が低い試料を測定する場合は、回折強度を上げるために薄いフィルターを使用することが好ましい。

(g) 受光ソーラススリット

回折X線の長手方向の発散角を決定するスリットである。垂直発散効果 (アンブレラ効果) による回折ピークの広がりを抑える効果がある。垂直発散効果によるピークの広がり低角度側ほど大きくなる。

図7に入射および受光ソーラススリットとアンブレラ効果の関係を示す。開口角の小さいソーラススリットを使用した場合、垂直発散効果が低減され、角度分解能が上がる。隣接する回折ピークの分離や結晶子サイズを測定する場合、開口角の小さいソーラススリットを選択するのが好ましい。ただし、入射および受光ソーラススリットとして 5° を用いた場合、 2.5° を用いた場合と比較して回折強度が4割程度増加するので、短時間の測定が可能となる。

(h) 受光スリット2

受光スリット2 (RS2) とは検出器に入射する回折X線の幅を決定するスリットである。制御ソフトウェアとしてSmartLab Studio IIを用いた場合の1次元検出

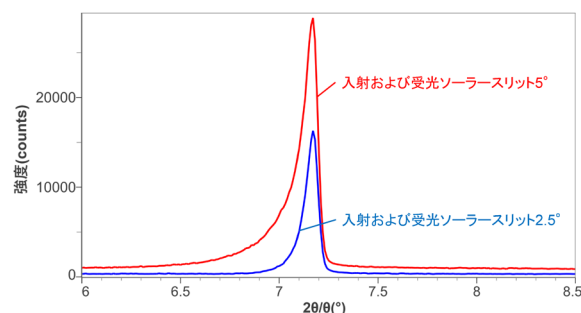


図7. 入射および受光ソーラススリットとアンブレラ効果の関係。(ターゲット金属: Cu, 試料: ゼオライト)

器では、物理スリットを用いることなく、検出器上の一部の素子を選択して使用することで、受光スリットを使用した場合と同じ効果を得ることができる。これを仮想スリットと呼ぶ。

0次元測定の場合、受光スリットを広げると回折強度が増加するが、角度分解能は減少する。回折強度と角度分解能の兼ね合いから0.3 mmを使用することが多い。ただし、1次元検出器D/teX Ultra250を用いた場合、仮想スリットとして0.375 mmを使用する。

1次元測定の場合、検出器上で異なる角度情報を検出することが可能である。そのため、一般的には開放状態で使用する。ただし、受光スリット幅に相当する 2θ の半分の角度分だけ低角度側からスキャンを始めるため、低角度における測定ではダイレクトビームストッパーに回折線が遮られる場合や入射X線の試料からのみ出しによる強度ロスが生じる場合がある。

図8にベヘン酸銀のプロファイルを示す。RS2=10 mmおよび20 mmの場合は低角度側のピークがダイレクトビームストッパーに遮られているのが分かる。受光スリットを狭めることにより、正しい強度比での低角度側からの測定が可能となる。

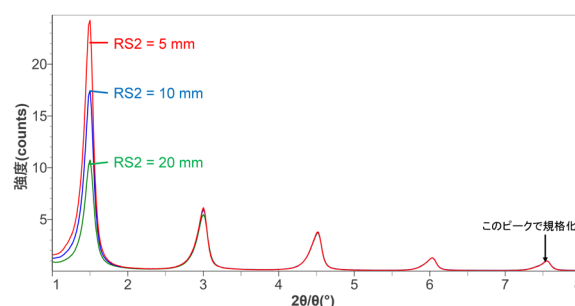


図8. RS2の違いによるプロファイルの違い。ただし、各プロファイルは $2\theta=7.5^\circ$ のピークで規格化されている (ターゲット金属: Cu, 試料: ベヘン酸銀)。

(i) アッテネーター

検出器に高強度のX線が入射された場合、数え落としや検出器の故障の原因となる。その場合、金属の薄板を用いてX線の強度を減衰させる必要がある。アッ

テネーターは複数の厚さの金属箔を切り替えて X 線強度の減衰率を変化させることができる。自動アッテネーター機能を用いた場合、検出した X 線の強度に応じてソフトウェアが自動で金属箔を選択する。ただし、TDI (Time Delay Integration) モードによる測定の場合、自動アッテネーターは使用することができないので、1次元検出器を用いた TDI スキャンの場合には、ダイレクトビームが検出器に直接入らないように注意が必要である。

5. 入射光学系にミラーを用いた場合

5.1. 平行ビーム法

平行ビーム法光学系では放物面多層膜ミラー (CBO) で平行化された X 線が試料に照射される⁽⁶⁾。ミラーで単色化されるため、 $K\beta$ フィルターは不要である。照射幅は入射スリット幅 IS と入射角 ω を用いて式 1 のように表される。

$$\text{照射幅} = IS / \sin \omega \quad \dots (\text{式} 1)$$

CBO から出射されるビーム幅は Cu 管球を用いた場合約 0.8 mm 程度であるため、入射スリットをそれ以上に開いてもビームは広がらないことに注意が必要である。

回折線の測定方法として、(a) パラレルスリットアナライザー (PSA) を用いた 0 次元測定、(b) 1 次元検出器を用いた測定がよく用いられる。

(a) PSA を用いた測定の場合

図 9 に PSA を用いた測定の概略図を示す。PSA とは金属箔が 2θ 方向に積層されたスリットである。目的とする 2θ 角の回折線のみを取り出すことができるので、検出器全面を利用した 0 次元測定が可能であり、試料形状や偏心誤差の影響を受けない。回折線を遮らないように RS1 と RS2 は開放状態で使用する。

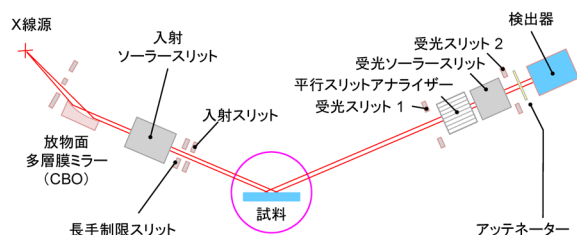


図 9. PSA を用いた測定の概略図。

(b) 1 次元測定の場合

図 10 に PB 法における 1 次元測定の概略図を示す。平行化された X 線を試料に照射し、発生した回折 X 線の回折角を検出器上で分離する。回折 X 線の幅を狭くすることにより分解能が向上する。つまり、X 線の照射面積を狭めることにより分解能が向上する。図 11 に入射スリット幅によるプロファイルの違いを示す。入射スリットが狭いほど分解能が良くなるが、強度が

減少する。散乱線を防ぎ、回折線を遮らないように、検出器の検出面の大きさに合わせた受光スリットの幅を選択する。D/teX Ultra250 の場合は $RS1=15$ mm, $RS2=20$ mm で使用し、D/teX Ultra2 の場合は $RS1=8$ mm, $RS2=13$ mm で使用する。この条件は集中法でも同様である。平行ビームを用いているが PSA を使用していないので偏心誤差の影響を受ける点に注意が必要である。主に、反射法で低角を低いバックグラウンドで測定したい場合や透過法による測定の場合に利用される。

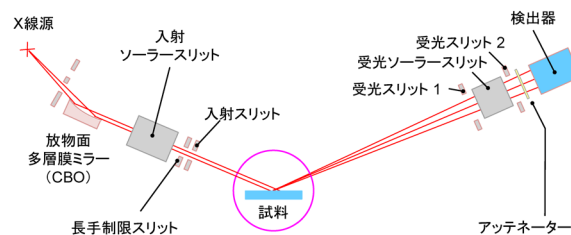


図 10. PB 法における 1 次元測定の概略図。

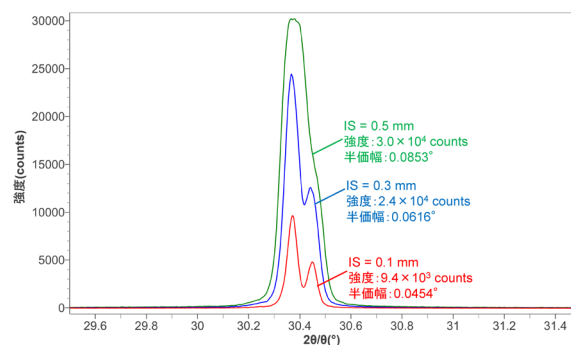


図 11. PB 法の 1 次元測定における入射スリット幅によるプロファイルの違い (ターゲット金属: Cu, 試料: LaB_6)。

図 12 にキャピラリー透過法で測定した場合の入射スリット幅によるプロファイルの違いを示す。入射スリット幅が大きい場合、強度は高くなるが分解能が低くなる。透過法による測定の場合、後述の集光ビーム法を用いると分解能が改善する場合がある。また、キャピラリー径により分解能が変化する。キャピラリー径

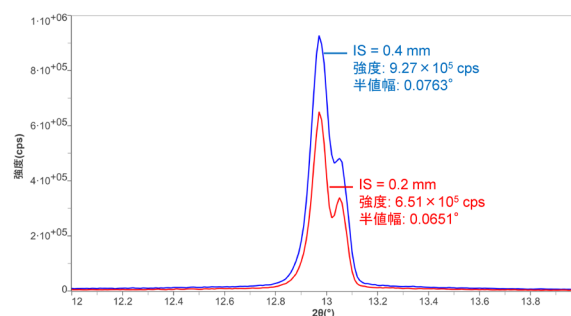


図 12. キャピラリー透過法で測定した場合の入射スリット幅によるプロファイルの比較 (ターゲット金属: Mo, 試料: Si 粉末, キャピラリー径: 0.5 mm)。

と分解能の関係は第3回の粉末X線回折法基礎講座で述べる予定である。

5.2. 集光ビーム法

図13に集光ビーム法を用いた場合の概略図を示す。X線源で発生したX線をCBO-Eを用いて集光し、試料に照射する。入射X線を遮らないために入射スリットは0.7 mmに設定する。入射X線は試料位置で0.4 mmに、検出器上で0.1 mmに集光される。図14にキャピラリ透過法でCBO-EまたはCBOを用いた場合のプロファイルを示す。CBO-Eを用いた場合に高強度かつ高分解能のプロファイルが得られていることが分かる。散乱線を防ぎ、回折線を遮らないようにRS1は回折線をカットしない程度に広げ、RS2は開放状態で使用する。具体的には、D/teX Ultra250の場合はRS1=15 mm, RS2=20 mmで使用し、D/teX Ultra2の場合はRS1=8 mm, RS2=13 mmで使用する。

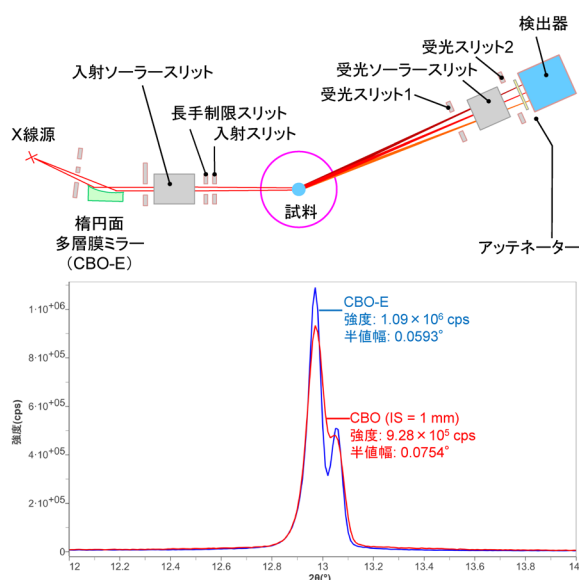


図14. キャピラリ透過法でCBO-EまたはCBOを用いて測定したプロファイルの比較 (ターゲット金属: Mo, 試料: Si 粉末, キャピラリ径: 0.5 mm)。

6. 検出器モードの選択

試料からの回折X線パターンには特性X線以外の波長のX線も含まれている。半導体検出器を使用した場合、特性X線以外の波長をカットする方法として検出器のエネルギー分解能を利用する方法がある。検出器の測定モードとして標準モードと蛍光X線低減モードがある。

Cu管球を用いてシリコン111の回折線を用いてエネルギー分布を測定すると、図15のようなプロファイルが得られる。図15のピークは使用波長のエネルギー分布を表している。標準モードと蛍光X線低減モードでは取り込むエネルギー範囲が異なる。制御ソフトウェアとしてSmartLab Studio IIを用いた場合に取り込

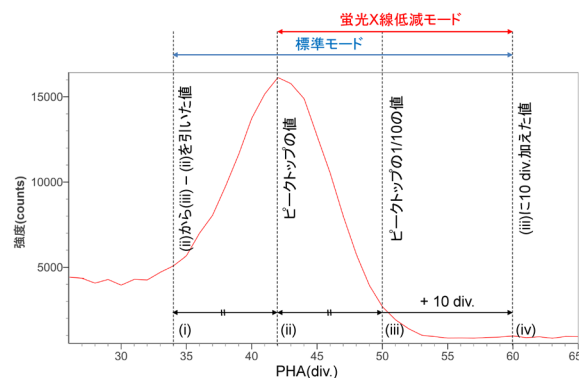


図15. 使用波長のエネルギー分布と標準モードおよび蛍光X線低減モードにおけるエネルギー閾値 (ターゲット金属: Cu, 検出器: D/teX Ultra250)。

むエネルギーの範囲を図中にまとめた。

蛍光X線低減モードでは標準モードと比較して低エネルギー閾値が高い。そのため、標準モードよりも多くの蛍光X線を低減することができる。蛍光X線を低減することにより、高P/B比の結果が得られる。ただし、 $K\alpha$ 線も低減されるため、標準モードと比較して回折強度が半分程度となるので、蛍光X線が少ない場合は使用しない。

蛍光X線低減モードが有効な場合として、Cu管球を使用した場合のMn, Fe系試料, Co管球を使用した場合のクロム鋼試料が挙げられる。図16にCu管球を用いて測定した Fe_2O_3 のプロファイルを示す。蛍光X線低減モードを用いた場合、P/B比が大幅に改善しているのが分かる。

蛍光X線低減モードを用いた場合、 $K\beta$ 線の残存割合が増加する。そのため、通常よりも厚いフィルターを用い、 $K\beta$ 線の残存率を減らすことが好ましい。

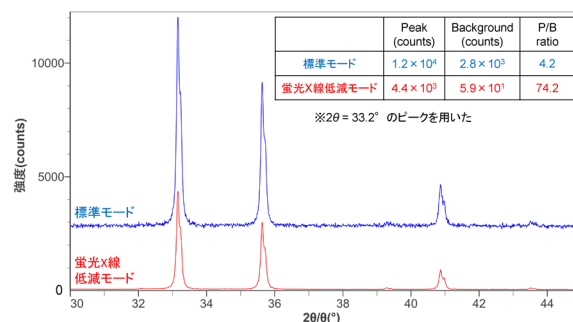


図16. 標準モードと蛍光X線低減モードの比較 (ターゲット金属: Cu, 試料: Fe_2O_3 , 検出器: HyPix-3000)。

7. おわりに

以上、第2回の粉末X線回折法基礎講座では質の高いデータを取得するための装置構成の選択について述べた。第3回では、質の高いデータを取得するための試料調製およびスキャン条件について、具体的な測定

例を交えて紹介する予定である。

参 考 文 献

- (1) 生天目由紀子：リガクジャーナル，**41** (2010)，No. 1, 18–21.
- (2) リガクジャーナル，**41** (2010)，No. 1, 37.
- (3) 刑部 剛：リガクジャーナル，**47** (2016)，No. 2, 7–11.
- (4) 生天目由紀子：リガクジャーナル，**48** (2017)，No. 2, 19–23.
- (5) リガクジャーナル，**48** (2017)，No. 2, 29–30.
- (6) 光永 徹：リガクジャーナル，**39** (2008)，No. 1, 26–30.